

Code: 469-45715

## JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT JOURNAL

KOKAI PATENT APPLICATION NO. SHO 49[1974]-133613

Japanese Cl.:	4 2 A31 4 2 D0 4 2 D21
Sequence Nos. for Office Use:	7211-47 6845-47 7445-47
Application No.:	Sho 48[1973]-46631
Application Date:	April 26, 1973
Publication Date:	December 23, 1974
No. of Inventions:	1 (Total of 5 pages)
Examination Request:	Not requested

## MANUFACTURING METHOD OF WHISKERS

Inventors:	Akihiro Abe 638-1 Shimoda-cho, Kohoku-ku, Yokohama-shi  Shigeru Saeda 28-7 Higashi-furuichiba, Saiwai-ku, Kawasaki-shi
------------	--

Shigeyuki Hatakeyama  
1-27-3 Daizaya,  
Setagaya-ku, Tokyo

Hiroshi Nakajo  
3-63-5 Itabashi,  
Itabashi-ku, Tokyo

Applicant:

(200)  
Showa Denko K.K.  
1-13-9 Dimon, Shiba  
Minato-ku, Tokyo

Representative:

Haruo Suzuki

Agent:

Kyoichi Suzuki,  
patent attorney

[Attached amendments have been incorporated into text  
of translation]

### Claim

A manufacturing method of whiskers, characterized by the fact that at a temperature higher than the boiling point of the solvent, a polymer solution maintained in the liquid phase is ejected into a high-speed gas flow while ultrasonic waves are applied on the solution.

### Detailed explanation of the invention

This invention pertains to a manufacturing method of whiskers by the flash-spinning of a polymer solution.

The conventional methods of manufacturing fibers from a polymer solution include the method in which the solution is ejected from a nozzle at a high temperature and high pressure, and a method in which the polymer solution is ejected into a high-speed gas flow.

In these conventional methods, as the polymer solution is ejected from a fine nozzle, clogging may occur inside the nozzle. This problem is particularly serious for a highly concentrated polymer solution or when insoluble fine particles are contained. This leads to serious problems with respect to the operation stability, and a decrease in productivity.

Also, in the process of fiber formation, the number and size of the gas bubbles generated are naturally important factors for the growth process. In the conventional technology, however, no control is made on the generation of gas bubbles. Consequently, the whiskers manufactured in this case have their sizes significantly dispersed, and the high degree of nonuniformity is a disadvantage.

The purpose of this invention is to solve the problems of the aforementioned conventional scheme by providing a manufacturing method of whiskers, characterized by the fact that at a temperature higher than the boiling point of the solvent, a polymer solution maintained in the liquid phase is ejected into a high-speed gas flow while ultrasonic waves are applied on the solution.

According to this invention, due to the lubricating effect of the ultrasonic waves, the spinning operation becomes stable, free of clogging in the nozzle portion and with an increased ejection rate. Also, due to the negative pressure generated near

the ejection nozzle, numerous gas bubble nuclei with a uniform size are generated. They contribute to breaking and fiber formation in the flash-spinning operation, so that whiskers with a fine size and high uniformity can be manufactured. The obtained whiskers can be used to manufacture synthetic pulp, as well as nonwoven fabrics, filtering materials, etc.

In the following, this invention will be explained in more detail.

#### Ultrasonic waves

As a result, the definition and frequency range of the ultrasonic waves are not clear, but it is usually taken to consist of longitudinal waves having a frequency over about 20 kHz. The ultrasonic waves referred to in this case are not limited to 20 kHz or higher. The frequency may also be variable. Any ultrasonic waves that can generate a negative pressure state and form gas bubble particles can thus be used.

Figure 1 is a diagram illustrating an example of the case in which ultrasonic waves are applied on a polymer solution. In the configuration shown in Figure 1, a polymer solution passes through horn (1), which transmits the ultrasonic wave vibration, and through liquid nozzle (2). It is then ejected into a high-speed gas flow inside a gas nozzle (3), and further ejected from said gas nozzle (3) to the outside. A strong longitudinal wave is applied on the polymer solution on the [illegible] surface of said horn (1), so that a negative pressure state is generated. On the other hand, the ultrasonic waves are transmitted through the polymer solution to nozzle (2), so that

nozzle (2) itself vibrates. Consequently, the polymer substance and insoluble particles, which would otherwise be attached near the outlet of the nozzle, can be removed. Consequently, a stable operation state can be maintained, and the productivity can be boosted.

Due to the ultrasonic waves, a negative pressure state is generated with regard to the polymer solution near the outlet of nozzle (2). Consequently, numerous gas bubble nuclei with a uniform size are formed, and whiskers with a fine and uniform size are manufactured. In the flash-spinning, the number, size, and growth process of the gas bubbles are important factors. According to this invention, as ultrasonic waves are applied on the polymer solution, it is possible to prevent clogging of the inside of the nozzle, and the ejected polymer solution contains numerous gas bubble nuclei due to the negative pressure state induced by the ultrasonic waves. In this way, the gas bubbles contribute to gasification [of the polymer] immediately after ejection, separating [it] into fine pieces by the high-speed gas flow, and orientation of the separated pieces. Consequently, it is possible to form whiskers with a fine and uniform size.

As pointed out in the above, the frequency of the ultrasonic waves applied is not limited to higher than 20 kHz. The power level with respect to 1 kg of the polymer substance each hour should be 1 W or higher, preferably 20-50 W.

The application method of the ultrasonic waves is not limited to the method illustrated in Figure 1. The horn itself may be a portion of the nozzle, or the polymer solution may be ejected through a slit formed between the horn and the nozzle.

Any type of ultrasonic wave generator that can apply ultrasonic waves on the polymer solution may be used. Figure 2 is a schematic diagram illustrating an example in which a magnetostrictive vibrator (4) made of nickel is connected to horn (1').

#### Polymer and solvent

Any type of polymer that can form fibers may be used in this invention. Examples include polyolefins, polyesters, polyamides, polycarbonates, and polystyrene, as well as copolymers mainly made of them. Among such substances, polyethylene and polypropylene with a high crystallinity and high density are preferred.

The solvents of these polymers should have boiling points (under ambient pressure) lower than the melting point or softening point of the polymer. It is preferred that the solvent display a low solubility for the polymer at a temperature lower than the boiling point [of the solvent]. Also, the solvents may be used either alone or as a mixture of several types. For example, the following mixtures of solvents may be used: 5:5 of cyclohexane:hexane and 3:2 [not clearly legible] of hexane and pentane for polyethylene; [5:5] of ethanol:water for polyamides; and 5:5 of hexane:pentane for polystyrene.

The temperature of the polymer solution should be over 20°C, preferably over 60°C, higher than the boiling point of the solvent. When the temperature of the solvent is low, foaming near the nozzle becomes insufficient, and thick fibers may be formed. On the other hand, if the temperature of the solution is

too high, growth of the gas bubbles becomes too rapid, and the gas bubbles burst before the fibers are formed. Consequently, film-like fibers may be formed.

The concentration of the polymer solution may be up to 50%. Since the ejection state is very stable, no clogging occurs inside the nozzle. This cannot be realized in the conventional technology. Also, when synthetic pulp is to be manufactured, the concentration of the polymer solution is preferably 0.2-25%. If the concentration is lower than 0.2%, fibers can be formed, but the formed fibers are too short, or even in powder form. Also, since as a larger amount of solvent is needed in this case, it is unfavorable for industrial production. When the concentration is over 25%, the fibers become too thick, and it is impossible to produce a uniform sheet.

#### High-speed gas flow

Roles of the high-speed gas flow include the formation and cutting of fibers, evaporation of solvent, and stretching effect. The high-speed gas flow may be formed from an inert gas. However, steam is preferred since it has a high latent heat, and is effective in recovering the polymer substance. Also, it is preferred that the speed of the high-speed gas flow be 300 m/sec and [its temperature] be lower than the softening point of the polymer substance.

## Fibers

The fibers obtained using the method of this invention are whiskers with a length of 0.3-20 mm and size of 0.5-30  $\mu\text{m}$ . They have nonuniform cross sections, and may be branched. Consequently, they have a high water retention level and are preferably used for blending with natural pulp. Compared with the fibers formed when no ultrasonic waves are applied, the whiskers of this invention have a smaller size and narrower size distribution.

In the following, this invention will be explained in more detail with reference to application examples and comparative examples.

### Application Example 1

A 10% solution of high-density polyethylene (with a melt index of 5) in cyclohexane (160°C, 20 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected from a nozzle (with an inner diameter of 1 mm) into a steam flow at a speed of 400 m/sec, while ultrasonic waves at 30 W and a frequency of 20 kHz corresponding to 1 kg of high-density polyethylene in 1 h were applied from a horn attached to a UE-300 ultrasonic wave generator manufactured by Ultrasonic Wave Industry Co., Ltd. set on the inner site at a distance of 10 mm from the outlet of the nozzle. As a result, whiskers with a fiber length of 0.5-5 mm (with an average length of 1.5 mm) and fiber size of 8-19  $\mu\text{m}$  (with an average size of 13  $\mu\text{m}$ ) were formed with a high stability.

The whiskers formed were processed by a refiner and, with a ratio of 1:1 by weight, they were blended with the natural pulp for manufacturing paper with a high uniformity.

#### Comparative Example 1

Ejection was performed into a steam flow in the same way as in Application Example 1, except that no ultrasonic waves were applied on the solution. The whiskers formed in this case had a length of 1-30 mm (with an average length of 3 mm) and size of 12-40  $\mu\text{m}$  (with an average size of 20  $\mu\text{m}$ ).

#### Application Example 2

Ejection was performed into a steam flow in the same way as in Application Example 1, except that the ultrasonic waves applied had a power of 15 W and a frequency of 5 kHz corresponding to 1 kg of high-density polyethylene in 1 h. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 0.8-20 mm (with an average length of 2.5 mm) and size of 10-33  $\mu\text{m}$  (with an average size of 15  $\mu\text{m}$ ).

#### Application Example 3

A 24% solution of high-density polyethylene (with a melt index of 5) in normal hexane (165°C, 20 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected into a steam flow at 400 m/sec in the same equipment as in Application Example 1, with the ultrasonic waves applied having a power of

25 W and a frequency of 15 kHz corresponding to 1 kg of high-density polyethylene in 1 h. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 1-35 mm (with an average length of 4 mm) and size of 15-40  $\mu\text{m}$  (with an average size of 22  $\mu\text{m}$ ).

#### Comparative Example 2

An ejection operation was performed into a steam flow in the same way as in Application Example 3, except that no ultrasonic waves were applied. It was found that the nozzle was clogged, and flash-spinning could not be realized.

#### Application Example 4

A 45% solution of high-density polyethylene (with a melt index of 5) in an 8:2 mixture of normal hexane and normal pentane (160°C, 20 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected into a steam flow at 400 m/sec with ultrasonic waves applied under the same conditions as in Application Example 1. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 1-35 mm (with an average length of 4 mm) and size of 20-42  $\mu\text{m}$  (with an average size of 30  $\mu\text{m}$ ).

#### Application Example 5

A 10% solution of high-density polyethylene (with a melt index of 5) in normal hexane (160°C, 20 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected into a nitrogen gas flow at 450 m/sec and at 150°C on the same

equipment as in Application Example 1, with the ultrasonic waves applied having a power of 30 W and a frequency of 20 kHz corresponding to 1 kg of high-density polyethylene in 1 h. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 3-50 mm (with an average length of 10 mm) and size of 6-17  $\mu\text{m}$  (with an average size of 10  $\mu\text{m}$ ).

#### Application Example 6

A 4% solution of isotactic polypropylene (with a melt index of 0.5) in cyclohexane (180°C, 12 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected into a steam flow at 400 m/sec on the same equipment as in Application Example 1, with the ultrasonic waves applied having a power of 30 W and a frequency of 20 kHz corresponding to 1 kg of the isotactic polypropylene in 1 h. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 0.2-8 mm (with an average length of 1 mm) and size of 12-36  $\mu\text{m}$  (with an average size of 20  $\mu\text{m}$ ).

#### Application Example 7

A 10% solution of high-density polyethylene (with a melt index of 5) containing 40% of aluminum hydroxide (in a gibbsite structure) particles with an average particle size of 8  $\mu\text{m}$  in normal hexane (165°C, 20 kg/cm<sup>2</sup>) was ejected into a steam flow at 450 m/sec on the same equipment as in Application Example 1, with the ultrasonic waves applied having a power of 30 W and a frequency of 20 kHz corresponding to 1 kg of the high-density

polyethylene in 1 h. The whiskers formed with a high stability in this case had a length of 1.5-14 mm (with an average length of 5 mm) and size of 7-22  $\mu\text{m}$  (with an average size of 13  $\mu\text{m}$ ).

### Comparative Example 3

Ejection was performed into a steam flow under the same conditions as in Application Example 7, except that no ultrasonic waves were applied. It was found that the nozzle was clogged 3 sec after the start of the ejection operation, and ejection no longer could take place.

### Brief explanation of the figures

Figure 1 is a longitudinal cross-sectional view of the liquid nozzle and gas nozzle on its outside arranged inside an ultrasonic-wave generating horn used in this invention. Figure 2 is a schematic diagram illustrating the ultrasonic wave generator that can be used in this invention.

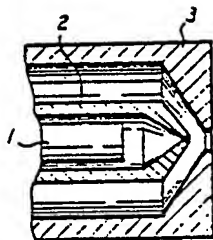


Figure 1

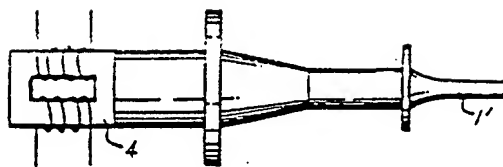


Figure 2



特 許 願 (1)

(入会費)

昭和48年4月26日

特許庁長官 三名幸夫 殿

1. 発明の名称

短繊維の製造方法

2. 発明者

住所 横浜市長北区下田町688番地1

氏名 安部 明 広 (外3名)

3. 特許出願人

住所 東京都港区芝大門一丁目1番9号

名称 (200) 昭和電工株式会社

代表者 鈴木 治 雄

4. 代理人

方式 書面

郵便番号 108

住所 東京都港区芝大門一丁目1番9号

昭和電工株式会社内

氏名 (7118) 弁理士 鈴木 吉



48 046631

明 細 書

1. 発明の名称

短繊維の製造方法

2. 特許請求の範囲

高分子溶液をその溶剤の沸点以上の温度に液相のまま保持し該溶液に超音波を印加しながら高速気体流中に吐出することを特徴とする短繊維の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は高分子溶液をフラッシュ紡糸して短繊維を製造する方法に関する。

高分子溶液から繊維状物質を製造する方法として、該溶液を高圧下でノズルより噴出する方法あるいはこれを高速気体流中に吐出する方法などが従来知られている。

しかしいずれの方法にしても高分子溶液は細いノズルから吐出されるためノズル内部での詰まりを生じ易く、高濃度の高分子溶液または不溶性微粒子を含む場合は特に著しい。これは操業安定性の上で非常に不利な欠点であり生産性も低下

① 日本国特許庁  
公開特許公報

①特開昭 49-133613

④公開日 昭49.(1974)12.23

②特願昭 48-46631

②出願日 昭48.(1973)4.26

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号

⑤日本分類

7211 47

42 A31

6845 47

42 D0

7445 47

42 D21

することは云うまでもない。

また繊維化の過程において、自然に発生する気泡の数と大きさおよびその成長過程が重要な要因であるが、従来技術では気泡発生に関して何等制御されず、したがって製造した短繊維の直径は大きく不均一な分布を持ち不均一であるという問題もあった。

本発明はこれらの事情を解決するもので本発明によれば、高分子溶液をその溶剤の沸点以上の温度に液相のまま保持し該溶液に超音波を印加しながら高速気体流中に吐出することを特徴とする短繊維の製造方法が提供される。

本発明の方法によれば、超音波の振動による潤滑効果によりノズル部分の詰まりがなく吐出量が増大し安定した操業状態も得られる。更に吐出口附近に起る負圧状態のため無数の均一な大きな気泡が発生し、フラッシュ紡糸における分断、繊維化に寄与し細く且つ均一な短繊維が製造される。得られた短繊維は合成バルブをはじめ不織布、濾過材など多くの用途に供することができ

る。

次に本発明の詳細について説明する。

#### (1) 超音波

超音波の定義あるいはその周波数範囲は明でないが大略20 KHz以上の周波数を持つ振動と一般に理解されている。ここに云う超音波とは特に20 KHz以上に限定するものではなく可聴周波数であつても良く気泡核になり得る負圧状態の発生の能力を持つていれば良い。

超音波を高分子溶液に加える一例を図1に示すが、図1において高分子溶液は超音波振動を伝えるホーン1と液体ノズル2の間を通り、気体ノズル3の内部で高速気体流中に吐出され更に気体ノズル3から外部へと吐出される。そしてホーン1の前面にある高分子溶液に強い振動が加えられ負圧状態が発生する。一方超音波は高分子溶液を経てノズル2に伝わりノズル2自体も振動しノズル出口近傍に固着しようとする高分子物質や不溶性微粒子を除去しそのため安定した操業状態が得られまた生産性も向上する。

(3)

超音波発生器は該高分子溶液に超音波を印加できるものなら何でも使用できるが、図2はその一例図例でニッケル製超音波振動子4にホーン1'を接続したものを示している。

#### (2) 高分子および溶剤

本発明に用いる高分子物質は繊維形成能のあるものなら何でも良く、たとえばポリオレフィン類、ポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリスチレンおよびこれらを主体とする共重合体などが挙げられるがなかでも高融点性の高密度ポリエチレン、ポリプロピレンが好ましい。

これら高分子物質の溶剤としては、沸点(常圧)が高分子物質の融点あるいは軟化温度より低いもので、好ましくは沸点以下では高分子物質に対する溶解性の低いものが良い。また一般類の溶剤を用いる必要はなく二成分以上の混合溶剤であっても良く、たとえば、ポリエチレンに対してはシクロヘキサンとヘキサンの5:5、ヘキサンとベンゼンの5:5、ポリプロピレンに対してはエタノールと水、ポリスチレンに対してはヘキサン

(4)

特開 昭49-133613 (2)

更にノズル2の吐出口附近の高分子溶液には超音波のため負圧状態が発生し無数の均一な大きさの気泡核により細く且つ均一な径の繊維線が製造される。フラクシニ紡糸においてノズル吐出口近傍の気泡の発生、その数と大きさおよびその成長過程は重要な要因であるが、本発明では超音波を高分子溶液にかけることによりノズル内部の詰まりを防止するとともに負圧状態によつて生じた無数の気泡核を含んだ高分子溶液を吐出することにより吐出直後の気化、高速気体流による切断、配向に寄与せしめ、細く且つ均一な径の繊維線を得ることに成功したものである。

印加する超音波の周波数は前述のように20 KHz以上に限定しないが、電力は高分子物質1g/Hrあたり1W以上好ましくは20~50Wをかけるのが好適である。

また超音波の加え方は図1の方法に限定されるものではなくホーン自体をノズルの一部にする方法あるいはホーンとノズルの間のスリットから高分子溶液を吐出する方法などもある。

(5)

とベンゼンの5:5の混合溶剤が挙げられる。

高分子溶液の温度は溶剤の沸点より20℃以上好ましくは60℃以上が好適である。溶液の温度が低い場合にはノズル附近での発泡が不十分となり太い繊維が生成され、一方溶液の温度が高すぎると気泡の成長が急激すぎて繊維を形成する前に気泡が破れるためフィルム状の繊維が得られない。

高分子溶液の濃度は5%までは使用でき、しかも吐出状態は非常に安定しておりノズル内部の詰まりは発生しない。このようなことは従来の技術では調査実現できなかったことである。なお合成バルブを得る場合は高分子溶液の濃度は0.2%から2.5%が好ましい。0.5%未満では繊維化はできるが繊維が細かくそして形状にもなりよく、一方溶剤を大量に必要とするため工業的にも不利である。また2.5%を超えると繊維が太くなり均質な紙は製造できない。

#### (3) 高速気体流

高速気体流の役割は繊維の形成およびその切断、溶剤の蒸発、延伸効果等である。なお高速気体

(6)

流は不活性気体で良いが、水蒸気を用いると水蒸気の大なる潜熱のため高分子物質の回収に有効である。また高速気体流の速度は $200\text{ m/sec}$ 以上で且つ該高分子物質の軟化点以下が好ましい。

#### (4) 線維

本発明の方法で得られる線維は、長さ $0.2\sim 20\text{ mm}$ 、直径 $0.5\sim 30\text{ }\mu$ 程度の短線維であり、不均一な断面をもち、なかには分枝しているものもある。このため保水性に優れ天然パルプとの混抄に有利である。また超音波を加えない場合と比較して太さは細く、太さの分布は狭い。

以下に実施例、比較例を示して更に詳細に説明する。

#### 実施例 1

高密度ポリエチレン(メルトインデックス 5)の10多シクロヘキサン溶液( $160^\circ\text{C}$ 、 $20\text{ kg/cm}^2$ )を、ノズル出口端から $10\text{ mm}$ 内側に設置した超音波工業用装置U-500型超音波発生器に付属したホーンで高密度ポリエチレン換算 $1\text{ kg/Hr}$ あたり $30\text{ W}$ 、周波数 $20\text{ KHz}$ の超音波を

177

高密度ポリエチレン(メルトインデックス 5)の24多ノルマルヘキサン溶液( $160^\circ\text{C}$ 、 $20\text{ kg/cm}^2$ )を、実施例1と同様の装置で高密度ポリエチレン換算 $1\text{ kg/Hr}$ あたり $30\text{ W}$ 、周波数 $15\text{ KHz}$ の超音波を印加しながら、 $400\text{ m/sec}$ の水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $1\sim 35\text{ mm}$ 、平均長 $4\text{ mm}$ 、線維径 $15\sim 40\text{ }\mu$ 、平均径 $22\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

#### 比較例 2

実施例1と同じ溶液を超音波は印加せず他は全く同じ条件で水蒸気流中に吐出しようとしたところ、ノズルに詰まりを生じフラフジュできなかった。

#### 実施例 4

高密度ポリエチレン(メルトインデックス 5)のノルマルヘキサンとノルマルペンタンの8対2の混合液を溶液とする45多溶液( $160^\circ\text{C}$ 、 $20\text{ kg/cm}^2$ )を、実施例1と同様の条件で超音波を印加しながら水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $1\sim 35\text{ mm}$ 、平均長 $4\text{ mm}$ 、線維径 $20\sim 42\text{ }\mu$

(18)

開 昭 49-133613 (3)

印加しながら、ノズル(内径 $1\text{ mm}$ )から $400\text{ m/sec}$ の水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $0.5\sim 6\text{ mm}$ 、平均長 $1.5\text{ mm}$ 、線維径 $8\sim 19\text{ }\mu$ 、平均径 $13\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

この短線維をリファイナーにかけて溶解し、天然パルプと1対1の重量比で混抄し均質な紙を製造できた。

#### 比較例 1

実施例1と同じ溶液を超音波は印加せず他は全く同じ条件で水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $1\sim 30\text{ mm}$ 、平均長 $3\text{ mm}$ 、線維径 $12\sim 40\text{ }\mu$ 、平均径 $20\text{ }\mu$ の短線維が得られた。

#### 実施例 2

実施例1と同じ溶液に高密度ポリエチレン換算 $1\text{ kg/Hr}$ あたり $15\text{ W}$ 、周波数 $3\text{ KHz}$ の超音波を印加しながら他は全く同じ条件で水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $0.5\sim 20\text{ mm}$ 、平均長 $1.5\text{ mm}$ 、線維径 $10\sim 32\text{ }\mu$ 、平均径 $15\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

#### 実施例 3

平均径 $30\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

#### 実施例 5

高密度ポリエチレン(メルトインデックス 5)の10多ノルマルヘキサン溶液( $160^\circ\text{C}$ 、 $20\text{ kg/cm}^2$ )を、実施例1と同様の装置で高密度ポリエチレン換算 $1\text{ kg/Hr}$ あたり $30\text{ W}$ 、周波数 $20\text{ KHz}$ の超音波を印加しながら、 $450\text{ m/sec}$ 、 $150^\circ\text{C}$ の水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $3\sim 50\text{ mm}$ 、平均長 $10\text{ mm}$ 、線維径 $6\sim 17\text{ }\mu$ 、平均径 $10\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

#### 実施例 6

アイソタクチックポリプロピレン(メルトフローレート 0.5)の4多シクロヘキサン溶液( $160^\circ\text{C}$ 、 $12\text{ kg/cm}^2$ )を、実施例1と同様の装置でアイソタクチックポリプロピレン換算 $1\text{ kg/Hr}$ あたり $30\text{ W}$ 、周波数 $20\text{ KHz}$ の超音波を印加しながら $400\text{ m/sec}$ の水蒸気流中に吐出したところ、線維長 $0.2\sim 8\text{ mm}$ 、平均長 $1\text{ mm}$ 、線維径 $12\sim 35\text{ }\mu$ 、平均径 $20\text{ }\mu$ の短線維が安定して得られた。

(19)

手続補正 (自発)

昭和48年7月12日

特許庁長官 三宅幸夫 殿

6.補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

7.補正の内

①第11頁第3行

「粒子407」とあるのを「粒子408」と訂正する。

1.事件の表示

昭和48年特許願第48631号

2.発明の名称

短線絶の製造方法

3.補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都港区芝大門一丁目1番9号

名称 昭和電工株式会社

代表者 鈴木 浩 雄

4.代理人

郵便番号 105

居所 東京都港区芝大門一丁目1番9号

昭和電工株式会社内

氏名 (7118)弁理士 鈴木 吉 一

5.補正により増加する発明の数 なし



波発生器の説明略図例である。

実施例7

水酸化アルミニウム（ギブサイト精造）の平均粒径  $8\mu$  の子400を含む高密度ポリエチレン（メルトインダックス5）の105ノルマルヘキサン溶液（165℃、 $20\text{g}/\text{cm}^3$ ）を実施例1と同じ装置を用いて高密度ポリエチレン換算1 $\text{g}/\text{Hr}$ あたり30W、周波数30KHzの超音波を印加しながら450 $\text{m}/\text{sec}$ の水蒸気流中に吐出したところ、繊維長1.5～1.4 $\text{mm}$ 、平均長5 $\text{mm}$ 、繊維径7～23 $\mu$ 、平均径13 $\mu$ の短繊維が安定して得られた。

比較例3

実施例7と同じ溶液を超音波は印加せず他は全く同じ条件で水蒸気流中に吐出したが、吐出開始後5秒でノズルに詰まりを生じ吐出不能になった。

4. 図面の簡単な説明

図1は本発明に使用し得る超音波発生ホーンを内部に設置した液体ノズルとその外側の気体ノズルの縦断面例図、図2は本発明に使用し得る超音

波

波

図 1

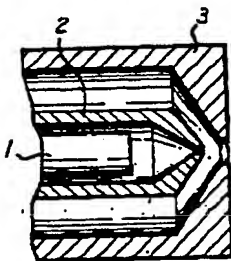
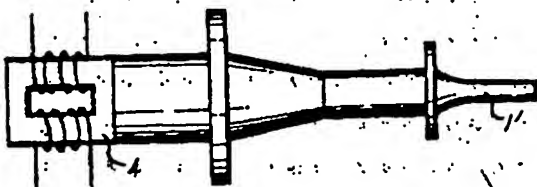


図 2



5. 添付書類の目録

(1) 明 細 書	1 通
(2) 願 書 附 本	1 通
(3) 図 面	1 通
(4) 委 任 状	1 通

6. 特記以外の発明者

住所 川崎市幸区東古市場 35-7  
氏名 佐 枝 家  
住所 東京都世田谷区代沢 1丁目 27番地-3  
氏名 島 山 成 行  
住所 東京都板橋区板橋 3丁目 63番地-5  
氏名 中 条 尚